

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 75 17200

(54) Pastilles composites facilitant l'addition d'éléments d'alliages dans l'aluminium et les alliages légers.

(51) Classification internationale (Int. Cl.²). C 22 C 1/00, 21/00//B 22 D 1/00.

(22) Date de dépôt 28 mai 1975, à 10 h 15 mn.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.I. — «Listes» n. 52 du 24-12-1976.

(71) Déposant : SERVIMETAL, résidant en France.

(72) Invention de : Pierre Guérit et Gilbert Pollet.

(73) Titulaire : *Idem.* (71)

(74) Mandataire : Claude Pascaud, Pechiney Ugine Kuhlmann.

La présente invention concerne la fonderie des alliages légers, et, en particulier, des alliages à base d'aluminium. Elle a pour objet des pastilles composites facilitant l'introduction et la mise en solution d'un ou plusieurs éléments d'alliage, tels que manganèse, cuivre, fer, silicium, zinc, nickel, cobalt, chrome, bismuth, cadmium, zirconium, beryllium, bore, etc, dans des bains d'aluminium ou d'alliages d'aluminium en fusion. Elles permettent soit d'élaborer un alliage, soit de corriger la teneur en un ou plusieurs éléments d'addition avant coulée.

On sait que l'introduction d'un élément d'alliage dans un bain d'aluminium pur ou allié n'est pas toujours aisée. Les principales difficultés sont dues à la densité élevée du métal à dissoudre, qui entraîne sa décantation rapide vers la sole du four, et à la faible vitesse de dissolution de l'élément dans le bain à la température où l'on opère.

La méthode habituelle consiste à homogénéiser le bain par un brassage manuel énergique au moyen d'une racle ou d'un ringard. Cette opération, à la fois pénible et fastidieuse, donne des résultats souvent aléatoires, et conduit dans bien des cas à des rebuts importants.

La présente invention consiste en des pastilles composites confinant le métal lui-même et/ou un de ses alliages à l'état divisé, avec un flux provoquant un dégagement gazeux qui assure un brassage du bain, dans lequel lesdites pastilles sont introduites.

Les meilleurs résultats sont obtenus en choisissant la nature et la proportion de flux de façon à provoquer un déplacement continu de la pastille au sein du bain liquide grâce à l'effet d'effervescence provoqué par la vaporisation du flux ou par des réactions secondaires. Il importe, par conséquent, de choisir comme flux une ou plusieurs substances volatiles, ou susceptibles, dans les conditions d'utilisation, de former un composé volatil par réaction entre un ou plusieurs des éléments en présence.

L'effet de ce flux est multiple.

Il assure, par le dégagement gazeux dû à la vaporisation, le déplacement de la pastille au sein du bain, et, par conséquent, la dispersion du métal ou de l'alliage divisé.

Il provoque, localement, une légère élévation de température, qui favorise la dissolution de l'élément d'addition.

En outre, le dégagement des composés volatils a un effet dégazant sur le bain métallique, et peut, dans certains cas, agir comme désoxydant.

Le métal d'addition qui entre dans la composition des pastilles est : le métal lui-même à l'état pratiquement pur, et/ou un alliage à point de fusion plus bas, de façon à faciliter la mise en solution. Il est préférable de l'utiliser à l'état divisé, les plus gros grains devant avoir, de préférence, une

dimension inférieure à 20 mm et même inférieure à 5 mm.

Il est particulièrement avantageux d'introduire dans les pastilles une quantité prédéterminée et exacte, par exemple 100 ou 500 ou 1 Kg de l'élément d'alliage à introduire, ce qui facilite considérablement la tâche des utilisateurs, qui n'ont qu'à compter les pastilles au lieu de procéder à des pesées plus ou moins précises.

Parmi les différentes substances susceptibles d'être utilisées comme flux pour la mise en oeuvre de l'invention, on peut citer des hydrocarbures halogénés, solides à la température ambiante, tels que l'hexachloréthane, des sels ou des mélanges de sels de métaux alcalins, alcalino-terreux, ou d'aluminium, volatils à la température du bain d'aluminium tels que $AlCl_3$, ou réagissant sur le bain en formant un composé volatil, ou se décomposant à la température du bain en donnant un composé volatil, tels que certains fluosels (fluosilicate, fluotitane...), ainsi que des oxalates, des formiates et autres dérivés d'acides carboxyliques.

Le rapport pondéral entre l'élément d'alliage et le flux peut varier dans des limites assez larges. Il n'est cependant pas avantageux de descendre en dessous du rapport 1, car l'excès de flux se vaporise en pure perte ; au-delà d'un rapport 20, en revanche, la quantité de flux devient trop faible pour assurer une effervescence et un brassage suffisant, tout au moins dans le cas de métaux denses, tels que Mn, Cr, Zn, etc, qui tendent à décanter sur la sole du four sans se dissoudre.

Les exemples qui suivent permettront de mieux comprendre la mise en oeuvre de l'invention sans en limiter la portée.

EXEMPLE 1

Des pastilles composites ont été préparées en agglomérant à la presse un mélange d'hexachloréthane (qui sera dans tout ce qui suit désigné par l'appellation abrégée HCE) et de grenaille de zinc passant entièrement au tamis de 20 mm, avec les compositions suivantes :

(:	:	:	:)					
(:	1	:	2	:	3	:	4)	
(:	-----		-----		-----		-----)
(:	:	:	:	:	:	:	:)	
(HCE, en g	:	500 g	:	214	:	55	:	0)
(Grenaille	:	:	:	:	:	:	:)	
(Zn en g	:	500 g	:	500	:	500	:	500)
(:	:	:	:	:	:	:	:)	
(en %	:	50	:	70	:	90	:	100)
(:	:	:	:	:	:	:	:)	

5 pastilles de chacune des 4 compositions ci-dessus ont été introduites en 4 essais successifs dans un bain de 50 Kg d'aluminium pur, qualité A4

2312570

(Al \geq 99 %), à 740°C.

La dissolution s'est accompagnée d'une vive effervescence et n'a demandé que quelques minutes dans les trois premiers essais et n'a donné lieu à aucun phénomène particulier dans le quatrième.

- 5 Des échantillons de bain ont été prélevés à l'issue de chaque essai, sans aucun brassage. On a trouvé des teneurs en Zn respectives de : 4,72 % (1), 4,60 % (2), 2,82 % (3), 2,81 % (4) (teneur théorique calculée : 4,75 %), ce qui indique un excellent rendement de mise en solution en présence d'HCE, et un rendement médiocre quand on ajoute le zinc seul sans brassage.

10 EXEMPLE 2

Des pastilles composites ont été préparées en agglomérant à la presse un mélange d'HCE et de manganèse métal en poudre (à 98 % de Mn) passant entièrement au tamis de 20 mm, avec les compositions suivantes, correspondant à 500 g de Mn pur par pastille :

15

20

	:	1	:	2	:	3	:	4
HCE, en g	:	510	:	218	:	57	:	0
Grenaille	:		:		:		:	
Mn en g	:	510	:	510	:	510	:	510
en %	:	50	:	70	:	90	:	100

4 pastilles de chacune des quatre compositions ci-dessus ont été introduites en 4 essais successifs dans un bain de 50 Kg d'aluminium A4, à 750°C.

- 25 La dissolution s'est accompagnée d'une vive effervescence dans les 3 premiers essais et n'a demandé que quelques minutes. Elle n'a donné lieu qu'à de faibles lueurs jaunâtres dans le quatrième. Des échantillons de bain ont été prélevés à l'issue de chaque essai, sans brassage, puis analysés. On a trouvé des teneurs respectives en manganèse de : 3,70 % (1), 3,61 % (2), 2,60 % (3), 2,42 % (4) (teneur théorique calculée : 3,8 %), ce qui indique un excellent rendement de dissolution en présence d'HCE, et un rendement médiocre dans le cas contraire.

EXEMPLE 3

- 35 Des pastilles composites ont été préparées en agglomérant à la presse un mélange d'HCE et de ferrosilicium à 75 % de Si, en grenaille, passant entièrement au tamis de 2 mm, avec les compositions suivantes, correspondant à 500 g de Si pur par pastille.

2312570

	:	:	:
	1	2	3
	-----	-----	-----
HCE, en g	667	167	0
FeSi75 en g	667	667	667
en %	50	80	100

8 pastilles de chacune des trois compositions ci-dessus ont été introduites en 3 essais successifs dans un bain de 50 Kg d'aluminium A4 à 750°C. La dissolution s'est accompagnée, lors des deux premiers essais, de crépitements, d'effervescence et de lueurs jaunes. Les pastilles apparaissaient et disparaissaient et semblaient se mouvoir à grande vitesse au sein du bain. L'introduction des pastilles en 3 n'a donné lieu à aucun phénomène notable. Des échantillons de bain ont été prélevés à l'issue de chaque essai, sans aucun brassage, puis analysés. On a trouvé des teneurs respectives en silicium de : 7,0 (1), 7,1 (2), 6,5 (3) (teneur théorique calculée : 7,2 %), ce qui indique un excellent rendement de dissolution en présence d'HCE et un rendement médiocre dans le cas contraire, quand on ajoute le ferro-silicium seul, sans brassage manuel.

EXEMPLE 4

Une série d'essais identiques à ceux des exemples précédents ont été réalisés avec des pastilles composites agglomérées à partir d'HCE et de chrome aluminothermique à 90,5 % de Cr, en grains passant entièrement au tamis de 2 mm (teneur en Cr pur : 500 g par pastille).

	:	:	:
	1	2	3
	-----	-----	-----
HCE, en g	369	138	0
Cr 90, en g	553	553	553
en %	60	80	100

5 pastilles de chacune des 3 compositions ci-dessus ont été introduites en 3 essais successifs dans un bain de 50 Kg d'aluminium A4 à 750°C.

On a trouvé à l'analyse des teneurs en chrome respectives de : 4,62 % (1), 4,7 % (2), 3,1 % (3) (teneur théorique calculée : 4,7 %), ce qui indique un excellent rendement de dissolution en présence d'HCE, et un très mauvais rendement dans le cas contraire.

EXEMPLE 5

Des pastilles composites ont été préparées en agglomérant à la presse

des mélanges de grenaille de zinc, passant entièrement au tamis à maille de 2 mm, de chlorure de sodium, de chlorure de potassium, de carbonate de sodium et de fluosilicate de potassium, avec les compositions suivantes :

5	(:	1	:	2	:	3)
	(:	:	:	:	:	:)
	(:	:	:	:	:	:)
	(NaCl, en g	: 175	:	75	:	22)
	(:	:	:	:	:	:)
	(KCl, en g	: 175	:	75	:	22)
	(:	:	:	:	:	:)
10	(K ₂ CO ₃ , en g	: 50	:	32	:	6)
	(:	:	:	:	:	:)
	(K ₂ SiF ₆ , en g	: 100	:	32	:	6)
	(:	:	:	:	:	:)
	(Grenaille Zn, en g	: 500	:	500	:	500)
	(:	:	:	:	:	:)
	(" " en %	: 50	:	70	:	90)
	(:	:	:	:	:	:)

15 5 pastilles de chacune des 3 compositions ci-dessus ont été introduites, en 3 essais successifs, dans un bain de 50 Kg d'aluminium Al à 750°C. La dissolution a été rapide, avec une légère effervescence.

20 Dans les 3 échantillons prélevés, sans aucun brassage, on a trouvé une teneur en Zn de 4,7 % (teneur théorique calculée : 4,75 %), ce qui indique, dans tous les cas, un excellent rendement de dissolution.

25 Bien entendu, ces exemples ne sont pas limitatifs, et on peut, par exemple, soit ajouter à un même bain d'aluminium des pastilles composites différentes, comportant des éléments d'alliage différents, en vue d'obtenir des alliages complexes à plusieurs composants, soit combiner, dans la même pastille, deux ou plusieurs éléments d'addition avec le flux provoquant l'effervescence.

REVENDEICATIONS

1) Pastilles composites facilitant l'introduction d'au moins un élément d'addition dans un bain fondu d'aluminium ou d'alliage léger à base d'aluminium, caractérisées en ce qu'elles comportent en combinaison, une quantité
5 exacte et prédéterminée d'au moins un élément d'alliage sous forme divisée, avec un flux provoquant, au sein du bain fondu un dégagement gazeux qui assure une mise en solution rapide et une répartition homogène desdits éléments d'alliage.

2) Pastilles composites selon revendication 1, caractérisées en ce que le rapport pondéral entre les éléments d'alliage et le flux est compris entre
10 1 et 20.

3) Pastilles composites selon revendication 1, caractérisées en ce que le flux est un hydrocarbure halogéné, solide à la température ambiante.

4) Pastilles composites selon revendication 3, caractérisées en ce que le flux est de l'hexachloréthane.

15 5) Pastilles composites selon revendication 1, caractérisées en ce que le flux est un mélange de sels de métaux du groupe comprenant Li, Na, K, Ca, Ba, Al, comportant au moins un composé donnant lieu, au sein du bain à un dégagement gazeux.

20 6) Application des pastilles composites selon l'une quelconque des revendications précédentes, à l'introduction d'au moins un élément d'alliage dans un bain fondu d'aluminium ou d'alliage à base d'aluminium.